

PCT/JP2004/009157

日本国特許庁 27.9.2004  
JAPAN PATENT OFFICE

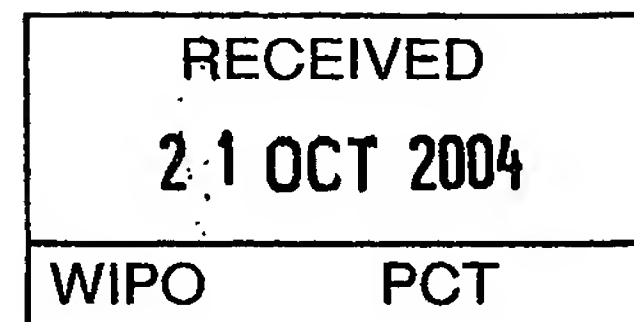
別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日 2003年 6月30日  
Date of Application:

出願番号 特願2003-187257  
Application Number:  
[ST. 10/C]: [JP2003-187257]

出願人 株式会社不二越  
Applicant(s):

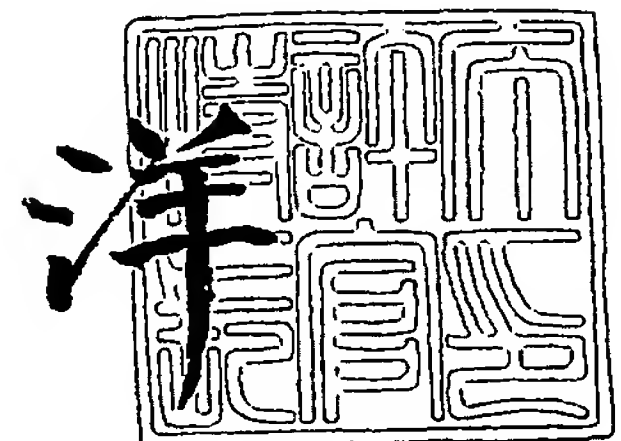


PRIORITY DOCUMENT  
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH  
RULE 17.1(a) OR (b)

2004年 9月15日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

小川



出証番号 出証特2004-3083446

【書類名】 特許願

【整理番号】 PT03079

【提出日】 平成15年 6月30日

【あて先】 特許庁長官 太田 信一郎 殿

【国際特許分類】 C23C 14/32  
C23C 8/38  
H05H 1/48

【発明者】

【住所又は居所】 富山県富山市不二越本町一丁目 1 番 1 号株式会社不二越  
内

【氏名】 安岡 学

【発明者】

【住所又は居所】 富山県富山市不二越本町一丁目 1 番 1 号株式会社不二越  
内

【氏名】 加藤 範博

【発明者】

【住所又は居所】 富山県富山市不二越本町一丁目 1 番 1 号株式会社不二越  
内

【氏名】 園部 勝

【発明者】

【住所又は居所】 富山県富山市不二越本町一丁目 1 番 1 号株式会社不二越  
内

【氏名】 佐藤 嗣紀

【発明者】

【住所又は居所】 富山県富山市不二越本町一丁目 1 番 1 号株式会社不二越  
内

【氏名】 北島 和男

## 【特許出願人】

【識別番号】 000005197  
【氏名又は名称】 株式会社不二越  
【代表者】 井村 健輔

## 【代理人】

【識別番号】 100077997  
【弁理士】  
【氏名又は名称】 河内 潤二  
【電話番号】 03-3433-3257

## 【手数料の表示】

【予納台帳番号】 052652  
【納付金額】 21,000円

## 【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1  
【物件名】 要約書 1  
【包括委任状番号】 0008371

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 多元系被膜の製造装置及び多元系膜被覆工具

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 少なくとも 2 種類以上の金属もしくは金属間化合物を含む合金を蒸発原料とし、電界または磁界により収束されたプラズマを用いて原料を単一のルツボ又はハースから溶解・蒸発させる多元系被膜の製造装置において、

前記蒸発原料を蒸発させる際に原料を溶解するために用いる電力供給装置は、前記蒸発原料を蒸発させるに必要な最初の電力供給と、所定時間を置いて前記最初の電力より順次増大した電力を加えた電力の供給を、必要な最大の電力供給に至るまで繰り返して増大させて供給して、未溶融部位を順次溶解させるようにした逐次増大電力供給装置を有し、

同時に、前記蒸発原料を蒸発させる際に、プラズマを収束させるために用いる電界または磁界を制御するプラズマ制御装置は、前記蒸発原料を蒸発させるに必要な最初のプラズマ領域にプラズマを収束させるために用いるプラズマ制御と、前記最初のプラズマ領域よりプラズマを順次移動・拡大せしめて最大のプラズマ領域に至るまで連続的に順次移動・拡大させるプラズマ制御を行い、未溶融部位を順次溶解させるようにしたプラズマ制御装置を有することを特徴とする溶融蒸発型イオンプレーティング法により作製する多元系被膜の製造装置。

【請求項 2】 少なくとも 2 種類以上の金属もしくは金属間化合物を含む合金を蒸発原料とし、電界または磁界により収束されたプラズマを用いて原料を単一のルツボ又はハースから溶解・蒸発させる多元系被膜の製造方法において、

前記蒸発原料を蒸発させる際に原料を溶解するために用いる電力供給装置は、前記蒸発原料を蒸発させるに必要な最初の電力供給と、所定時間を置いて前記最初の電力より順次増大した電力を加えた電力の供給を、必要な最大の電力供給に至るまで繰り返して増大させて供給して、未溶融部位を順次溶解させるようにした逐次増大電力供給装置を使用し、

同時に、前記蒸発原料を蒸発させる際に、プラズマを収束させるために用いる電界または磁界を制御するプラズマ制御装置は、前記蒸発原料を蒸発させるに必要な最初のプラズマ領域にプラズマを収束させるために用いるプラズマ制御と、

前記最初のプラズマ領域よりプラズマを順次移動・拡大せしめて最大のプラズマ領域に至るまで連続的に順次移動・拡大させるプラズマ制御を行い、未溶融部位を順次溶解させるようにしたプラズマ制御装置を使用することを特徴とする溶融蒸発型イオンプレーティング法により作製する多元系被膜の製造方法。

【請求項 3】 請求項 2 の方法により高速度工具鋼、ダイス鋼、超硬合金およびサーメット等の切削工具基材に複数の金属元素を含む窒化物、炭化物、硼化物、酸化物または珪化物被膜を被覆した被覆工具。

【発明の詳細な説明】

【0 0 0 1】

【発明の属する技術分野】 本発明はTiAlN などの 2 元素以上の金属成分を有す窒化物、炭化物、硼化物、酸化物又は珪化物を従来技術よりも容易に製造することが出来る製造装置、製造方法及び製造方法を使用した被覆工具に関する。

【0 0 0 2】

【従来の技術】 耐摩耗性、耐酸化性、耐食性あるいは表面に何らかの機能を施すために製品表面を被覆する方法としてPVD(Physical Vapor Deposition)法が知られている。PVD 法の一形態として使用される真空蒸着法に一部とスパッタリングプロセスを組み合わせたイオンプレーティング法は、金属炭化物、金属窒化物、金属酸化物等の金属化合物、又はこれらの複合物の被膜を形成する表面処理法であり、現在では、特に摺動部材及び切削工具等の表面を被覆する方法として重要である。従来、TiAlN 膜などの金属成分を2 元素以上有する窒化物などはもっぱらアーク法もしくはスパッタリング法により製造されている。しかし、これらの方法では蒸発材となる合金ターゲットが高価であり、目的の膜組成に応じた組成のターゲットを用意する必要がある。また、電磁場やターゲット保持の関係から、原料の全体を使用することは困難である。さらに、アーク法においては不可避な未反応金属ドロップレットの付着があり、膜質がよいとは言えない。一方、スパッタリング法においては非常に平滑な被膜を作成できる反面、一般的に成膜速度が遅い。一方、溶融蒸発型イオンプレーティング法(以後溶解法と略記する)では投入原料のほとんどを蒸発させることができるため、原料金属の利用率が高いという利点がある。このため原料単価の高い金属や加工が困難な金属を原料



にした場合に特に有利である。しかしながら、従来の溶解法では融点の著しく異なる 2 種類以上の金属原料を均一に蒸発させることは困難であった。かかる課題を克服するため、例えば特許文献 1 のように、イオンプーイティング装置に複数の蒸発源を装着するなどの方法が採られてきた。

#### 【0 0 0 3】

【特許文献 1】 実開平 6 - 3 3 9 5 6 号 図 1

#### 【0 0 0 4】

【発明が解決しようとする課題】 しかしながら特許文献 1 の技術では、そのために電源装置の追加などが必要であった。さらに、溶解法における成膜速度は蒸発源との距離や位置関係などに依存するため、複数の蒸発源を使用した場合、被蒸着物と複数の蒸発源との位置関係を均一にすることは難しく、組成の均一な被膜を得ることは不可能であった。例えば Ti と Al のように、融点が大きく異なる 2 種類以上の金属元素を従来の方法で同一のるつぼ中で溶融させた場合、融点の低い Al が優先的に溶融蒸発し、低融点の材料が蒸発した後で Ti が蒸発するため、得られる被膜の組成は融点の差に依存し、母材側の被膜は低融点金属の割合が多く、表層に向かって高融点金属の割合が多い膜となる。その組成分布はもっぱら融点に依存しており、膜厚方向に対して被膜の組成を制御することは難しく、母材側の被膜に対して高融点金属の割合を多くして、かつ、表面側の被膜に対して低融点金属の割合を多くするという制御はほとんど不可能であった。

#### 【0 0 0 5】

本発明の課題は、TiAlN 等の融点の大きく異なる金属成分を持つ多元系被膜を、目的の膜組成に厳密に一致させる必要がなく、目的の膜組成にほぼ近い金属成分を持つ原材料合金を使用して、ほぼその全体を有効に使用できる、原料利用効率が高く、異なる金属の各成分が全膜厚にわたり所望の被膜分布が得られるなど膜質の良い、溶融蒸発型イオンプレーティング法により作製する製造装置、製造方法及び製造方法を使用した被覆工具を提供することにある。

#### 【0 0 0 6】

【課題を解決するための手段】 このため本発明は、少なくとも 2 種類以上の金属もしくは金属間化合物を含む合金を蒸発原料とし、電界または磁界により収束

されたプラズマを用いて原料を単一のルツボ又はハースから溶解・蒸発させる多元系被膜の製造装置において、

蒸発原料を蒸発させる際に原料を溶解するために用いる電力供給装置は、前記蒸発原料を蒸発させるに必要な最初の電力供給と、所定時間を置いて前記最初の電力より順次増大した電力を加えた電力の供給を、必要な最大の電力供給に至るまで繰り返して増大させて供給して、未熔融部位を順次溶解させるようにした逐次増大電力供給装置を有し、

同時に、前記蒸発原料を蒸発させる際に、プラズマを収束させるために用いる電界または磁界を制御するプラズマ制御装置は、前記蒸発原料を蒸発させるに必要な最初のプラズマ領域にプラズマを収束させるために用いるプラズマ制御と、前記最初のプラズマ領域よりプラズマを順次移動・拡大せしめて最大のプラズマ領域に至るまで連続的に順次移動・拡大させるプラズマ制御を行い、未熔融部位を順次溶解させるようにしたプラズマ制御装置を有することを特徴とする熔融蒸発型イオンプレーティング法により作製する多元系被膜の製造装置及び製造方法を提供することによって、上述した従来技術の課題を解決した。

#### 【 0 0 0 7 】

【発明の効果】 従来技術では、通常、熔融原料を溶解するために使用する電力は溶解の開始をのぞけば、最初に最適と選択されたほぼ一定の電力で制御するのが一般的であるが、発明者らはこの電力を所定時間を置いてステップさせて溶解中に増大させることで未熔融部位が新たに熔融しはじめ、未熔融部位に含まれる低融点金属を補充することができるのではないか、と推論し、幾多の実験を重ねた結果、このことを実証できた。さらに、従来技術では、プラズマを収束させている電界または磁界を制御して未熔融部位を溶解することでも通常、熔融原料を溶解するために使用するプラズマ領域は溶解の開始をのぞけば、最初に最適と選択されたほぼ一定プラズマ領域で制御するのが一般的であるが、発明者らはこのプラズマ領域を最初のプラズマ領域よりプラズマを順次移動・拡大せしめて最大のプラズマ領域に至るまで連続的に順次移動・拡大させるプラズマ制御を行い、同様の効果を得ることができるのではないか、と推論し、幾多の実験を重ねた結果、このことを実証できた。上記した本発明の構成により、被覆処理中に未熔融

部位を拡大させることにより、融点の低い金属を補充することが可能となり、出発原料の組成と未溶融部位の溶解速度を制御することで所望の膜組成分布を持った被膜を得ることが可能となった。これにより、TiAlN 等の融点の大きく異なる金属成分を持つ多元系被膜を、目的の膜組成に厳密に一致させる必要はなく目的の膜組成にほぼ近い、金属成分を持つ原材料合金を使用して、ほぼその全体を有効に使用できるので原料利用効率が高く、異なる金属の各成分が全膜厚にわたり所望の被膜分布が得られるなど膜質の良い、溶融蒸発型イオンプレーティング法により作製する製造装置、製造方法及び製造方法を使用した被覆工具を提供するものとなった。

#### 【0 0 0 8】

請求項 2 の方法により高速度工具鋼、ダイス鋼、超硬合金およびサーメット等の切削工具基材に複数の金属元素を含む窒化物、炭化物、硼化物、酸化物または珪化物被膜を被覆した被覆工具により、所望の優れた膜組成分布を持った被膜を有する被覆工具を得ることができる。

#### 【0 0 0 9】

【発明の実施の形態】はじめに、発明者らは溶解原料として 5 0 g の TiAl 合金を用い、一般的な TiN を得る条件で TiAlN 膜の成膜を試みた。その結果、TiAl 合金は溶融開始から数分以内に全体が溶融した。得られた被膜の組成は母材側で Al が多く、表層にいくにしたがって Ti の割合が多い膜が得られた。これは Al の方が Ti よりも融点が低く、優先的に溶解原料から蒸発するためであり、最初に被覆される被膜は必然的に Al の割合が多い膜となる。さらに被覆処理を継続すると原料中の Al が枯渇し、Ti の割合が多い被膜が最表面に被覆される。得られた被膜は TiN 膜と比較して被膜硬度が低く、密着性も悪い膜であった。そこで、発明者らは蒸発によって枯渇する Al を補給することを考えて溶解原料への Al の追加投入実験などを行ってきたが、溶融蒸発と Al 補給のバランスを取ることが難しく、満足する結果は得られなかった。

#### 【0 0 1 0】

本発明の実施の形態は、少なくとも 2 種類以上の金属もしくは金属間化合物を含む合金を蒸発原料とし、電界または磁界により収束されたプラズマを用いて原



料を単一のルツボ又はハースから溶解・蒸発させる多元系被膜の製造装置において、蒸発原料を蒸発させる際に原料を溶解するために用いる電力供給装置は、蒸発原料を蒸発させるに必要な最初の電力、例えば2000Wの電力、の供給と、所定時間、例えば1分、を置いて最初の電力より順次増大した電力、例えば300W増大した電力、を加えた電力の供給を、必要な最大の電力、例えば8000Wの電力、に至るまで繰り返して供給して、未熔融部位を順次溶解させるようにした順次増大電力供給装置を使用し、同時に、前記蒸発原料を蒸発させる際にプラズマを収束させるために用いる電界または磁界を制御するプラズマ制御装置は、蒸発原料を蒸発させるに必要な最初のプラズマ領域、例えば蒸発原料のほぼ中心の直径10mmの領域、にプラズマを収束させるために用いるプラズマ制御と、前記最初のプラズマ領域よりプラズマを順次移動・拡大せしめ、最大のプラズマ領域例えば蒸発原料のほぼ全部にわたる直径40mmの領域、に至るまで連続的に順次移動・拡大させるプラズマ制御を行い、未熔融部位を順次溶解させるようにしたプラズマ制御装置を有することを特徴とする熔融蒸発型イオンプレーティング法により作製する多元系被膜の製造方法及び製造装置である。

#### 【0011】

本発明の実施の形態の多元系被膜の製造方法により高速度工具鋼、ダイス鋼、超硬合金およびサーメット等の切削工具基材に複数の金属元素を含む窒化物、炭化物、硼化物、酸化物または珪化物被膜を被覆した被覆工具により、所望の優れた膜組成分布を持った被膜を有する被覆工具を得ることができる。

#### 【0012】

〔実施例1〕 目的の膜組成にほぼ近い金属成分を持つ直径40mmのTiAl合金板をルツボ（ハースでもよい）に入れ、加熱およびクリーニングを行った後に約1Paのアルゴン窒素混合雰囲気中で、溶解原料上面のプラズマビーム径が10mm程度となるよう収束させたHCDガン（Hollow Cathode Gun：ホロー陰極ガン）を用いて熔融蒸発させ、予め下地としてTiCNコーティングを施してあるハイスドリル及び超硬エンドミルにTiAlN被膜を成膜した。この時のプラズマ出力は2000W から8000W まで毎分300Wずつ20分にわたり上昇させた。同時にプラズマビーム径を、ほぼ直径40mmのTiAl合金板を全部を覆うように、20分にわたり連続的に順次移動・

拡大させるプラズマ制御を行い、未溶融部位を順次溶解させ、得られたハイスドリルによる切削試験結果を表 1 に示す。ハイスドリルは折損寿命まで切削試験を行った。

(ハイスドリル切削条件)

工具：φ6 ハイスドリル

切削方法：穴あけ加工、各5 本切削

被削材：S50C( 硬さ210HB)

切削速度：40m/min 、送り：0.1mm/rev

切削長さ：20m(貫通穴)、潤滑剤：乾式(無し)

【 0 0 1 3 】

【表1】

	膜厚 * μ m	膜硬さ HV0.05	ドリル寿命 (穴)	エンドミル 逃げ面摩耗 V <sub>B</sub> (mm)	酸化厚さ μ m	
TiCN+TiAlN (溶解法)	表層 0.9 下地 1.7	3300	852	0.05	0.4	本発明
TiCN (溶解法)	2.1	2800	416	17m 中断	全酸化	比較例
TiCN+TiAlN (アーク法)	表層 1.2 下地 1.9	3800	489	0.08	0.6	比較例

\* 膜厚は同時装着したハイステストピース(SKH51,Ra≤0.2μm)でのカロテスト法(擦過痕法)による計測値

【 0 0 1 4 】

表1 から明らかなように、本発明に係る硬質被膜ハイスドリルにおいては従来例と比較しほぼ倍と寿命が非常に長くなった。これは、溶解法ではドロップレットの生成がほとんどなく、表面粗さが小さいためである。TiAlN 等の融点の大きく異なる金属成分を持つ多元系被膜を、目的の膜組成に厳密に一致させる必要がなく、目的の膜組成にほぼ近い金属成分を持つ原材料合金を使用して、ほぼその全体を有効に使用できるので原料利用効率が高く、異なる金属の各成分が全膜厚にわたり所望の被膜分布が得られるなど膜質の良いものとなった。

【 0 0 1 5 】

〔実施例 2〕 実施例 1 の条件で超硬インサート (A 3 0) 上にコーティング処理を実施し、大気中で 9 0 0℃に 1 時間加熱保持した後、表面の酸化層の厚さを

測定した結果を表 1 中に併記した。アーク法（従来例）と比較してドロップレットなどの被膜欠陥が少ないために酸化の進行が遅く、酸化層の厚さも薄くなる（耐酸化性が向上する）ことがわかる。

#### 【0016】

〔実施例 3〕 実施例 1 の条件であらかじめ TiCN 膜を被覆処理した超硬エンドミルに TiAlN 被膜を被覆した。超硬エンドミルは切削長 40m 時での逃げ面摩耗幅を測定した。切削諸元を次に示す。超硬エンドミルではアーク法により成膜した TiAlN 膜より約 10% 優れた耐摩耗性を示し、優れた TiAlN 被膜となった。被膜の成分自体は同等であるため、ドロップレットの低減による耐酸化性の向上が寄与していると考えられる。

（超硬エンドミル切削条件）

工具：φ10 超硬 2 枚刃スクエアエンドミル

切削方法：側面切削ダウンカット

被削材：SKD61（硬さ 53HRC）

切り込み：軸方向 10mm、径方向 0.2mm

切削速度：314m/min、送り：0.07mm/ 刃

切削長：40m、潤滑剤：無し（エアブロー）

#### 【0017】

〔実施例 4〕

実施例 1 の条件で請求項の範囲の各種コーティングしたホブを乾式で  $V = 200 \text{ m/min}$ 、 $f = 2.2 \text{ mm/rev}$ 、切削長 80m 切削した後の摩耗量の観測結果を表 2 に示す。本発明品である溶解法で作成した TiAlN を施したホブは、アーク法で作成した TiAlN のそれと比べて、クレータ摩耗は約 30% 程度減少し、逃げ面摩耗は約 8% 程度減少し、共に極めて良好な耐摩耗性を有するものとなった。

#### 【0018】

【表 2】

	膜厚 * $\mu\text{m}$	クレータ摩耗 KT ( $\mu\text{m}$ )	逃げ面摩耗 VB ( $\mu\text{m}$ )	
TiCN+TiAlN (溶解法)	表層 0.9 下地 1.7	8	120	本発明
TiCN+TiAlN (アーク法)	表層 1.2 下地 1.9	12	130	比較例

\* 膜厚は同時装着したハイステストピース(SKH51,  $R_a \leq 0.2 \mu\text{m}$ )でのカロテスト法(擦過痕法)による計測値

**【書類名】 要約書****【要約】**

**【課題】** TiAlN 等の融点の大きく異なる金属成分を持つ多元系被膜を、原料利用効率が高く、膜質の良い、溶融蒸発型イオンプレーティング法により作製する製造装置、製造方法及び製造方法を使用した被覆工具を提供。

**【解決手段】** 蒸発原料を蒸発させるに必要な最初の電力より順次増大した電力を加えた電力の供給を、必要な最大の電力供給に至るまで繰り返して増大させて供給し、同時に、蒸発原料を蒸発させるに必要な最初のプラズマ領域にプラズマを収束させるために用いるプラズマ制御と、前記最初のプラズマ領域よりプラズマを順次移動・拡大せしめて最大のプラズマ領域に至るまで連続的に順次移動・拡大させるプラズマ制御を行い、未溶融部位を順次溶解させるようにした。



特願 2 0 0 3 - 1 8 7 2 5 7

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[ 0 0 0 0 0 5 1 9 7 ]

1. 変更年月日  
[変更理由]

1 9 9 4 年 1 1 月 2 日

住所変更

住 所

富山県富山市不二越本町一丁目 1 番 1 号

氏 名

株式会社不二越